



复方玉红栓的质量标准研究

胡叶帅, 唐晓萌, 王志君, 黄月英, 王晓君, 宋洪杰

Study on quality standard of compound Yuhong suppository

HU Yeshuai, TANG Xiaomeng, WANG Zhijun, HUANG Yueying, WANG Xiaojun, SONG Hongjie

在线阅读 View online: <http://yxsj.smmu.edu.cn/cn/article/doi/10.12206/j.issn.1006-0111.202103003>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

复方虎杖酊的质量标准研究

Quality standards of Fufang Huzhangding

药学实践杂志. 2018, 36(5): 430-432 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2018.05.010

红旱莲药材的质量标准研究

Study on quality standards of *Hypericum ascyron*

药学实践杂志. 2018, 36(5): 426-429,467 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2018.05.009

高效液相色谱法考察8种常用对照品溶液的稳定性

The investigation of the stability of 8 commonly used reference solutions by HPLC

药学实践杂志. 2021, 39(5): 426-430 DOI: 10.12206/j.issn.1006-0111.202101025

复方颠茄合剂质量标准研究

Study on quality standard of Compound Belladonna Mixture

药学实践杂志. 2017, 35(3): 256-258 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2017.03.015

复方黑参颗粒质量标准研究

Study on quality standard of compound Heishen granules

药学实践杂志. 2017, 35(6): 543-546 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2017.06.015

咳喘六味合剂质量标准提高研究

Study on improvement of quality standard for Kechuan Liuwei oral liquid

药学实践杂志. 2019, 37(1): 55-58,85 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2019.01.013



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

· 研究报告 ·

复方玉红栓的质量标准研究

胡叶帅, 唐晓萌, 王志君, 黄月英, 王晓君, 宋洪杰 (海军军医大学长海医院药学部, 上海 200433)

[摘要] 目的 建立复方玉红栓的质量标准。方法 采用 TLC 法对白芷、松香和苦参 3 种中药材进行定性鉴别; 采用 HPLC-二极管阵列检测法同时测定磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁含量, 以甲醇-0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.3)为流动相, 梯度洗脱, 于 280 nm 波长处检测磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁。结果 所建立的 3 种药材 TLC 鉴别法专属性良好, 斑点清晰; 磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁分别在 12.40 ~ 99.20 $\mu\text{g/ml}$ ($r=0.999\ 9$)、2.56 ~ 20.48 $\mu\text{g/ml}$ ($r=0.999\ 9$) 范围内线性关系良好, 平均回收率为 $(99.21\pm 0.43)\%$ ($n=9$)、 $(99.54\pm 0.68)\%$ ($n=9$)。结论 本研究所建立的方法准确、灵敏, 重现性好, 所建标准可用于复方玉红栓的质量控制。

[关键词] 复方玉红栓; 白芷; 松香; 苦参; 磺胺嘧啶; 盐酸达克罗宁

[中图分类号] R284.1 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1006-0111(2022)01-0076-03

[DOI] 10.12206/j.issn.1006-0111.202103003

Study on quality standard of compound Yuhong suppository

HU Yeshuai, TANG Xiaomeng, WANG Zhijun, HUANG Yueying, WANG Xiaojun, SONG Hongjie (Department of Pharmacy, Changhai Hospital, Naval Medical University, Shanghai 200433, China)

[Abstract] **Objective** To establish the quality standard of compound Yuhong suppository. **Methods** *Angelica dahurica*, colophony and *Sophora flavescens* Alt. were identified by thin layer chromatography (TLC) method. The contents of sulfadiazine and dyclonine hydrochloride were determined by HPLC with diode array detection method. The mobile phase was methanol-0.02 mol/L potassium dihydrogen phosphate (adjusted to pH 3.3 with phosphoric acid) for gradient elution. The detection wavelength was 280 nm for sulfadiazine and dyclonine hydrochloride. **Results** The three Chinese traditional medicines were identified by TLC with clear spots. The linear ranges of sulfadiazine and dyclonine hydrochloride were good in 12.40-99.20 $\mu\text{g/ml}$ ($r=0.999\ 9$) and 2.56-20.48 $\mu\text{g/ml}$ ($r=0.999\ 9$). The average recovery was $(99.21\pm 0.43)\%$ ($n=9$) and $(99.54\pm 0.68)\%$ ($n=9$). **Conclusion** This method is accurate, sensitive, and reproducible. It can be used as a standard method for the quality control of compound Yuhong suppository.

[Key words] compound Yuhong suppository; *Angelica dahurica*; colophony; *Sophora flavescens* Alt.; sulfadiazine; dyclonine hydrochloride

复方玉红栓是长海医院特色医院制剂, 处方由磺胺嘧啶、盐酸达克罗宁、苦参、槟榔、松香、紫草、白芷等中西药组成, 临床使用有 30 多年历史。该药具有消炎^[1]、止痛^[2]及止血^[3]等作用, 用于治疗混合痔内出血、内痔水肿脱垂、单纯内痔出血等, 临床疗效显著, 但目前质量标准仅对 2 种化学药盐酸达克罗宁和磺胺嘧啶进行鉴别和含量测定, 其他成分未制定质量标准, 有待提升。本研究建立了苦参、松香、白芷的 TLC 鉴别方法, 同时建立测定磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁含量的 HPLC 方法, 实现更好地控制本品质量、提高疗效稳定性和可靠性、增强临床使用的安全性目的。

1 材料

1.1 仪器

岛津高效液相色谱仪 (包括 LC-20AD 泵、SPD-M20A 二极管阵列检测器、CBM-20A 控制器和 LC solution 工作站, 日本岛津公司); Goodsee-20E 型薄层成像系统 (上海科哲生化科技有限公司); BT124S 电子天平 (北京赛多利斯仪器有限公司); UV2550 紫外分光光度计 (日本岛津公司); DL-720A 超声波清洗器 (上海之信仪器有限公司); HWS24 型电热恒温水浴锅 (上海一恒科技有限公司); 硅胶 G 薄层板 (上海东方药品科技实业有限公司, 规格 10 cm \times 10 cm, 批号: 20190426); 硅胶 GF₂₅₄ 薄层板 (上海东方药品科技实业有限公司, 规格 10 cm \times 10 cm, 批号: 20141129)。

[作者简介] 胡叶帅, 药师, Email: huyeshuai_2008@126.com

[通信作者] 宋洪杰, 副主任药师, 研究方向: 药品质量控制, Email: h_jsong@126.com

1.2 试药

复方玉红栓(本院自制,规格:每粒重1.4g,磺胺嘧啶25 mg、含盐酸达克罗宁5 mg;包装:7粒/盒,批号:200518、190531、190225),松香酸(批号A25F6C1,含量大于90%,上海源叶生物科技有限公司),磺胺嘧啶(批号100026-201404,含量99.7%),盐酸达克罗宁(批号100423-201102、含量99.8%),苦参碱(批号110805-201709,含量99.6%),白芷药材(批号120984-200602),苦参药材(批号121019-201604)均购自中国食品药品检定研究院;甲醇、乙腈为色谱纯,其余所用化学试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

2 方法和结果

2.1 TLC鉴别

2.1.1 白芷

取本品7粒(批号200518),加乙醇200 ml,水浴加热使溶解,放冷至室温,抽滤,滤液挥至无醇味后,加0.1 mol/L盐酸溶液100 ml,加热使溶解,静置分层,取上层溶液,加0.1 mol/L氢氧化钠溶液100 ml,萃取,取下层溶液,用盐酸调节pH值至5,加石油醚(30~60℃)50 ml萃取2次^[4],合并石油醚层挥干,残渣加乙醇2 ml使溶解,作供试品溶液;同法制备缺白芷的阴性溶液;另取白芷药材0.5 g,同法制成对照药材溶液。取上述3种溶液各10 μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90℃)-乙醚(6:5)为展开剂,展开,取出晾干,置紫外灯(365 nm)下检视。结果供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色斑点,阴性对照在此相应位置无斑点。薄层色谱图见图1A。

2.1.2 松香

取本品1粒(批号200518),加乙醇100 ml^[5],水浴加热使溶解,冷藏1 h,取出过滤,取滤液挥干,残渣加乙醇2 ml使溶解,取上清液作供试品溶液;同法制备缺松香的阴性溶液;另取松香酸对照品适量,加乙醇溶解制成每1 ml含松香酸1 mg的溶液,作对照品溶液。取上述3种溶液各10 μl,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯-冰醋酸(8:2:0.1)为展开剂^[6],展开,取出晾干,置紫外灯(254 nm)下检视。结果供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色斑点,阴性对照在此相应位置无斑点。薄层色谱图见图1B。

2.1.3 苦参

取本品14粒(批号200518),加0.1 mol/L盐酸

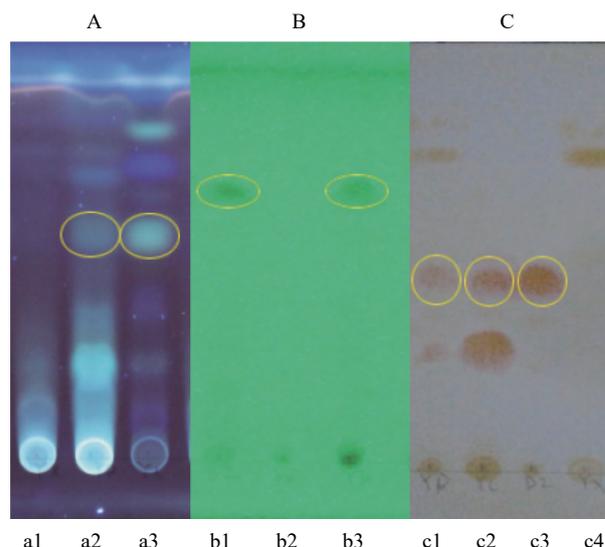


图1 复方玉红栓的TLC图

a1.白芷阴性对照溶液; a2.白芷供试品溶液; a3.白芷对照药材溶液; b1.松香供试品溶液; b2.松香阴性对照溶液; b3.松香酸对照品溶液; c1.苦参供试品溶液; c2.苦参对照药材溶液; c3.苦参碱对照品溶液; c4.苦参阴性对照溶液。

溶液100 ml,水浴加热使溶解,分取下层溶液,同法操作2次合并下层溶液,加2 mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至9,加三氯甲烷50 ml萃取2次^[7],取三氯甲烷层挥干,残渣加乙醇2 ml使其溶解,作供试品溶液;同法制备缺苦参的阴性溶液;另取苦参药材1 g,同法制成对照药材溶液;取苦参碱适量,加乙醇溶解制成每1 ml含苦参碱0.5 mg的溶液,作对照品溶液。取上述4种溶液各10 μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯-二乙胺(5:4:0.5)为展开剂,展开,取出晾干,喷以稀碘化铋钾试液显色^[8],置日光下检视。结果供试品色谱中,在与对照药材和对照品色谱相应位置上,显相同颜色斑点,阴性对照在此相应位置无斑点。薄层色谱图见图1C。

2.2 HPLC法同时测定磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁含量

2.2.1 色谱条件

SHIMADZU C₁₈柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇(A)-0.02 mol/L磷酸二氢钾溶液(B),用磷酸调节pH值至3.3,梯度洗脱(0~6.0 min, 25% B; 6.0~25.0 min, 50% B; 25.0~30.0 min, 25% B);流速:1.0 ml/min;柱温:室温;检测波长:280 nm;进样量:20 μl。

2.2.2 溶液制备

(1)对照品溶液:取磺胺嘧啶对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1 ml含磺胺嘧啶0.25 mg的溶液,作为储备液1;取盐酸达克罗宁对照品适量,精

密称定,加甲醇制成每1 ml含盐酸达克罗宁0.25 mg的溶液,作为储备液2;精密量取储备液1和储备液2适量,加流动相稀释制成每1 ml含磺胺嘧啶50 μg 、盐酸达克罗宁10 μg 的混合对照品溶液。

(2)供试品溶液:取本品10粒(批号200518),切碎,取约0.7 g(相当于磺胺嘧啶12.5 mg,盐酸达克罗宁2.5 mg),精密称定,置50 ml量瓶中,加甲醇25 ml,90 $^{\circ}\text{C}$ 水浴加热5 min,放冷,加甲醇稀释至刻度,摇匀,冷藏静置1 h,滤过,取续滤液放至室温,再精密量取续滤液5 ml,置25 ml量瓶中,用流动相稀释至刻度、摇匀,作供试品溶液。

(3)阴性样品溶液:根据处方制备不含磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁的阴性样品,再按(2)项下方法制成阴性对照溶液。

2.2.3 专属性试验

分别取“2.2.2”项下混合对照品溶液、供试品溶液和阴性对照液各20 μl 注入液相色谱仪,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图,结果见图2。结果表明,在混合对照品色谱相应位置上,供试品溶液色谱图中均具有相同保留时间的色谱峰,而阴性对照液在此处均无吸收峰,表明检验方法的专属性良好。

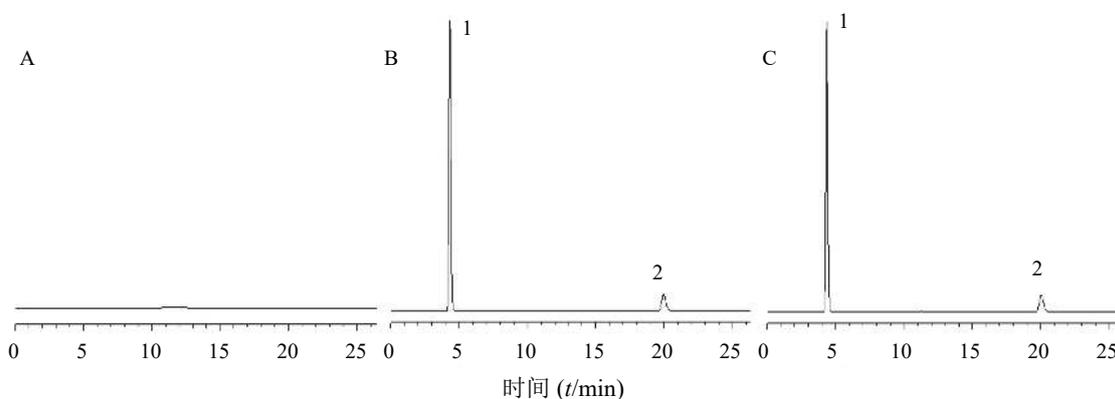


图2 复方玉红栓 HPLC 色谱图

A.阴性对照溶液;B.供试品溶液 C.混合对照品溶液;1.磺胺嘧啶;2.盐酸达克罗宁。

2.2.4 线性关系考察

分别精密量取“2.2.2”项下(1)的储备液1和储备液2适量,用流动相稀释,配制磺胺嘧啶系列浓度为12.40、24.80、49.60、74.40、99.20 $\mu\text{g}/\text{ml}$,盐酸达克罗宁系列浓度2.56、5.12、10.24、15.36、20.48 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的混合对照品溶液。按“2.2.1”项下色谱条件,进样20 μl ,记录峰面积,以对照品浓度(C)为横坐标,峰面积(A)为纵坐标,进行线性回归分析,得到磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁的回归方程分别为 $A_{\text{盐酸达克罗宁}}=77680c+44018$ ($r=0.9999$),线性范围2.56~20.48 $\mu\text{g}/\text{ml}$; $A_{\text{磺胺嘧啶}}=72528C+2862.9$ ($r=0.9999$),线性范围12.40~99.20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。结果表明磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁在相应范围内线性关系良好。

2.2.5 精密度试验

精密吸取“2.2.2”项下(1)的混合对照品溶液20 μl ,按“2.2.1”项下色谱条件重复进样6次;同法操作,每天进样1次,共进样6 d,分别记录,按峰面积计算得磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁的日内精密度分别为0.07%和0.58%($n=6$),日间精密度分别为1.60%和1.65%($n=6$)。结果表明仪器精密度良好。

2.2.6 稳定性试验

分别取同一供试品溶液(批号200518),在0、1、2、4、8、12 h按“2.2.1”项下色谱条件进样,按峰面积计算得磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁的RSD分别为0.74%和0.92%($n=6$),表明供试品溶液在12 h内稳定。

2.2.7 重复性试验

取本品(批号200518),按“2.2.2”项下(2)的方法制备供试品溶液6份,按“2.2.1”项下色谱条件进样,记录峰面积,计算磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁的RSD分别为1.90%和1.58%($n=6$),表明该方法重复性良好。

2.2.8 回收率试验

按处方工艺制备磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁标示量为80%、100%、120%的3种样品,按“2.2.2”项下(2)的方法制备供试品溶液各3份,并按“2.2.1”项下条件测定,计算平均回收率,结果表明磺胺嘧啶和盐酸达克罗宁的平均回收率分别为(99.10 \pm 0.48)%、(99.54 \pm 0.68)%($n=9$)。

2.2.9 含量测定

取3个批号样品,分别按“2.2.2”项下(2)的处理
(下转第83页)